

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-029371

(43)Date of publication of application : 02.02.1999

(51)Int.Cl.

C04B 37/02
B23K 1/19
B23K 35/30

(21)Application number : 09-185452

(71)Applicant : TOKUYAMA CORP

(22)Date of filing : 10.07.1997

(72)Inventor : SATO HIDEKI
KAMIYAMA YOSHIHIDE
MAEDA MASAKATSU

(54) BRAZING MATERIAL AND JOINTING BETWEEN ALUMINUM NITRIDE AND METAL MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a brazing material that does not sag out to not-jointed area, when an aluminum nitride member is jointed to a metallic member, by constituting the brazing material with a powdery mixture of silver, copper, and activated metallic powder in which the proportion of the particles of a specific particle size is set lower than a specific value.

SOLUTION: Silver and copper, preferably with average particle sizes of $\leq 45 \mu\text{m}$, respectively, an activated metallic powder of an element, preferably in the group IV a of the periodic table and its hydride with an average particle size of $10-45 \mu\text{m}$, more preferably titanium (hydride) are mixed so that the proportion of the particles of $\leq 5 \mu\text{m}$ is made $\geq 5 \text{ wt.}\%$, preferably $\leq 1 \text{ wt.}\%$ more preferably $\leq 0.8 \text{ wt.}\%$. The amounts of silver and copper are preferably in their eutectic composition, comprising 72 pts.wt. of silver and 28 pts.wt. of copper and the amount of the activated metallic powder is preferably 0.2-10 pts.wt. based on 100 pts.wt. of the whole composition.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.07.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-29371

(43)公開日 平成11年(1999)2月2日

(51)Int.Cl.⁹

識別記号

F I

C 0 4 B 37/02

C 0 4 B 37/02

B

B 2 3 K 1/19

B 2 3 K 1/19

B

35/30

3 1 0

35/30

3 1 0 B

3 1 0 C

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-185452

(22)出願日 平成9年(1997)7月10日

(71)出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県徳山市御影町1番1号

(72)発明者 佐藤 秀樹

山口県徳山市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内

(72)発明者 神山 美英

山口県徳山市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内

(72)発明者 前田 昌克

山口県徳山市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内

(54)【発明の名称】 ろう材および窒化アルミニウム部材と金属部材との接合方法

(57)【要約】

【課題】金属部材と窒化アルミニウム部材をろう材で接合する場合において、ろう材の流れ出しを防止する。

【解決手段】 金属部材と窒化アルミニウム部材の接合時に用いるろう材であって、該ろう材は銀、銅および活性金属粉末、例えば、チタンまたは水素化チタン等を含む混合粉末であり、該活性金属粉末として5μm以下の粒子の割合を5重量%以下に制御したものを用いる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】銀、銅および活性金属粉末を含む混合粉末よりなり、活性金属粉末中の粒径 $5\mu\text{m}$ 以下の粒子の割合が5重量%以下であることを特徴とするろう材。

【請求項2】窒化アルミニウム部材と金属部材とを接合する方法において、窒化アルミニウム部材または金属部材の少なくとも一方の接合面に請求項1記載のろう材を塗布した後、これらを貼り合わせ、次いで、加熱することを特徴とする窒化アルミニウム部材と金属部材との接合方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、窒化アルミニウム部材と金属部材との接合に好適なろう材、および該ろう材を介して窒化アルミニウム部材と金属部材とを接合する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、金属と窒化アルミニウムとの接合については種々研究がなされている。その中でも、金属として銅を用いるものが電気的特性等の点から最も有利とされ、現在も盛んに研究されている。特に厚めの銅板を回路として接合し、大電流、大電圧、高周波の半導体実装用基板として利用されている。

【0003】銅板と窒化アルミニウム基板の接合としては、窒化アルミニウム表面に形成された酸化物層と銅との共晶反応を利用したDBC法（例えば、特開昭59-40404号公報）や、窒素に対して活性な金属と窒化アルミニウム界面での反応を利用した活性金属法（例えば、特開昭60-32343号公報）などが知られている。活性金属法はDBC法に比較して、

（1）窒化アルミニウム基板の表面酸化処理が不要。

【0004】（2）接合温度が低く、銅と窒化アルミニウムの熱膨張率差による残留応力が軽減される。

【0005】（3）接合不良が少なく、接合強度が安定。

【0006】（4）水素気流中で加熱処理しても接合層の劣化が少ない。

【0007】などの利点がある。

【0008】この特性を生かすためにろう材ペーストを窒化アルミニウム基板上に所望のパターンに印刷したのち銅板を接合し、銅板のみをエッチングによって所望のパターンを形成するという方法が提案されている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】しかし、パターンを印刷したのち接合する場合において、ろう材溶融温度に基板が加熱されるとろう材中に液相が生成して流動し、絶縁性を保証しなければならない部分すなわち非接合部分にろう材が流れ出してパターン間の短絡や絶縁パターン部へのろう材流れ出しによる不良等の問題が発生していた。

【0010】又、上記問題を解決するために銅、銀の粒径を制御して流れ出しを抑制する手法が提案されているが（特開平4-80407号公報）、ここでは活性金属であるチタンの粒径については言及していない。

【0011】本発明者らの確認したところによると、銀-銅のみの液相は窒化アルミニウム部材との濡れ性が悪いので液相が銅板もしくは金属部材側に流れ出すことはあっても、窒化アルミニウム部材上に流れ出すことはないことがわかった。又、窒化アルミニウム部材上にろう材が流れ出した場合は、銀-銅と一緒にチタンが流れ出していることもわかった。つまりろう材の流れ出しは、ろう材が銅板もしくは金属部材側に流れ出す場合と窒化アルミニウム部材上に流れ出す場合の2つの形態があり、窒化アルミニウム部材上の流れ出しについてはチタンを含む液相の流動をいかに抑えるかが重要な問題であることがわかった。上記特開平4-80407号公報に開示された発明は、この点については未解決のままであった。

【0012】

【発明が解決するための手段】本発明者らは、以上の問題を解決するため鋭意検討を行ったところ、活性金属粉末の粒径を制御することでろう材の流れ出しを防止できるということを見出し、本発明を完成するに至った。

【0013】即ち、本発明は銀、銅および活性金属粉末を含む混合粉末よりなり、活性金属粉末中の粒径 $5\mu\text{m}$ 以下の粒子の割合が5重量%以下であることを特徴とするろう材であり、さらにこのろう材を用いて窒化アルミニウム部材と金属部材とを接合する方法を提供するものである。

【0014】

【発明の実施の形態】ここで、銀、銅、活性金属から構成される混合粉末において銀と銅は、単一元素粉末である必要はなく、合金粉末又は合金粉末と単一元素粉末の混合物であってもよい。具体的には、銀粉、銅粉の混合物、銀-銅の合金粉末、銀-銅の合金粉末と銀粉末の混合物、銀-銅の合金粉末と銅粉末の混合物、銀-銅の合金粉末と銀粉末と銅粉末の混合物等を例示することができる。特に、銀-銅共晶合金粉末を用いると、粉末が最も低温で溶融するため、金属部材と窒化アルミニウム部材を低温で接合することができるために好ましい。

【0015】又、ここで用いられる銀、銅等の活性金属成分を含まない金属粉末は、印刷を行う場合や接合する銅板への流れ出しを抑制する上で平均粒径 $45\mu\text{m}$ 以下が好ましく、 $1\sim45\mu\text{m}$ 程度のものがより好適である。

【0016】上記の混合粉末中に占める銀と銅の組成比は、銀と銅の合計重量を100重量部としたとき、銀40～80重量部、銅20～60重量部が好ましく採用される。この組成比は、銀と銅がそれぞれ単一元素粉末であっても、合金粉末であっても同様である。この組成比

は後の接合工程における処理温度、時間により任意に選択されるが処理温度の低下及び熱応力の緩和という点から銀 72 重量部、銅 28 重量部のいわゆる共晶組成が望ましい。銀および銅は、それぞれ単一元素を用いてもよく、又、これらを用いる代わりに共晶合金粉末を用いてもよい。

【0017】活性金属としては、周期律表第Ⅴa族に属する元素及びその水素化物を用いることができ、一般にはチタン、ジルコニウム、ハフニウムが用いられる。この中でも特にチタンは窒化アルミニウム部材との反応性が高く、接合強度を非常に高くすることができるため好ましく、更に、チタンの水素化物、即ち水素化チタンを用いれば、接合工程中における酸素の影響による酸化が起こり難くなり、より好適な接合状態が得られる。これは水素化チタンは接合工程での加熱処理によって初めて水素を放出して活性な金属チタンとなり、これが窒化アルミニウム部材と反応するためである。

【0018】銀と銅の合計量 100 重量部に対する活性金属粉末の添加量は、活性金属粉末による窒化アルミニウム部材-ろう材-銅部材の間の接合強度を十分に保つためには、0.2~10 重量部が好ましい。より好ましくは 0.5~5.0 重量部である。

【0019】本発明においては、活性金属粉末中の粒径 5 μm 以下の粒子の割合が 5 重量%以下である必要があり、1 重量%以下であることが好ましく、さらに 0.8 重量%以下であることがより好ましい。活性金属粉末中の粒径 5 μm 以下の粒子の割合が 5 重量%を超える場合は非接合部へのろう材の流れ出しが発生し易く好ましくない。

【0020】活性金属粉末の粒径および該粉末中の 5 μm 以下の粉末の重量割合は、液相沈降法を用いることで容易に測定することが可能である。なお液相沈降法では、粉末の形態が異形な場合には長径と短径の区別がつかず平均値を粒径とみなしてしまうが、本明細書では、この平均値を粒径とみなすこととし、粒径についての長径、短径の区別はしない。又、本特許での粒径は凝集粒径ではなく一次粒径を指す。これは粉末を超音波で溶媒中に分散させることで容易に測定することが可能となる。

【0021】活性金属粉末は粒度分布が均一なものが望ましく、5 μm 以下の粒子を 5 重量%以下に抑えるためには、平均粒径としては 10~45 μm が最適である。ろう材層の印刷膜厚は 20~50 μm であることが、また、活性金属粉末の粒度分布は粒子径 20~60 μm の間に全粒子の 40 重量%以上が存在していることが良好な接着強度を発現させるために好ましい。

【0022】これら粉末を構成する各成分の混合方法としては、各成分を粉末の状態でボールミル、アトライター等の攪拌機を用いて混合したり、有機溶媒、バインダーを配合し、ボールミル、ブラネタリーミキサー、三本

ロールミル等を使って混合し、ペースト状にすることもできる。

【0023】一般的には、金属粉末状で基板にパターンを形成することは難しいのでペースト状に混練して使用することが望ましい。ペースト状にする際、有機溶剤としてはメチルセルソルブ、エチルセルソルブ、イソホロン、トルエン、酢酸エチル、テレビネオール、テキサノール等が用いられ、バインダーとしてはエチルセルロース、メチルセルロース、アクリル樹脂等の高分子化合物が用いられる。

【0024】良好なろう材のパターンをスクリーン印刷するためには、ペーストの粘度を 20~200 kcps に制御することが好ましい。ペースト中の有機溶剤を全ペースト中の 5~15 重量%、バインダーを 1~5 重量%の範囲で配合することにより、印刷性の優れたペーストを得ることができる。加えて、上記範囲でバインダーを配合することにより、印刷後の脱脂工程におけるバインダーの除去が速やかに行われ好適である。又、ペーストとする場合、各成分の分散性をよくするために分散剤を添加することもできる。

【0025】窒化アルミニウムとの接合に供される金属部材としては、前記ろう材が接合でき且つ金属部材の融点がりょう材融点よりも高ければ特に制約はない。一般的には、銅、銅合金、銀、銀合金、ニッケル、ニッケル合金、ニッケルメッキを施したモリブデン、ニッケルメッキを施したタングステン、ニッケルメッキを施した鉄合金等を用いることが可能である。この中でも銅を金属部材として用いることが、電気的抵抗及び延伸性、マイグレーションが少ない等の点から最も好ましい。その他にも電気的抵抗を重視すれば銀を用いることも好ましく、また電気的特性よりも接合後の信頼性を考慮する場合にはモリブデンやタングステンを用いれば、該金属の熱膨張率が窒化アルミニウムに近いことから接合時の熱応力を小さくすることができるので好ましい。

【0026】窒化アルミニウム部材と金属部材とを接合する場合は前記ペーストを均一に塗布することが好ましく、塗布方法としてはスクリーン印刷法、メタルマスク印刷法、ロールコート法、吹き付け、転写等の任意の方法が採用される。一般的にはスクリーン印刷法が最も簡便であるが、ペースト中に活性金属粉末の粗大粒があるとスクリーンの目詰まり等が発生して所望のパターンに印刷できない場合があるので粗大な活性金属粉末を含まないことが好ましい。

【0027】より微細な配線パターンを印刷する場合には細かいメッシュのスクリーンを使用しなければならず、より目詰まりも発生しやすいので活性金属粉末の最大粒径を 85 μm 以下に制御することが好適である。但し、塗布形態については窒化アルミニウム部材上への塗布、金属部材上への塗布、窒化アルミニウム部材及び金属部材の両方への塗布等何ら制限はない。

【0028】そして、ペーストを塗布した後は一般的には脱脂を行い、バインダー成分を除去することが望ましい。脱脂中の加熱温度、時間等の処理条件についてはバインダー成分によって種々異なるが、処理中の雰囲気については窒素中、アルゴン中のような非酸化雰囲気もしくは真空中での処理を行えば、活性金属が酸化されることがなく好適である。また酸化雰囲気であっても、酸素量を制限することで活性金属が必要以上に酸化されなければ、微量酸素濃度中やウェット雰囲気での脱脂を行っても好適な接合状態を得ることができる。ここでウェット雰囲気とは非酸化雰囲気ガスを水、又は湯中を通した後、処理室に送気することにより形成した雰囲気である。

【0029】そしてこれら脱脂を終わらしたろう材が金属部材と窒化アルミニウム部材の間に配置されるように部材同士を重ね、ろう材が熔融する温度で接合を行う。

【0030】ろう材が窒化アルミニウム部材及び金属部材を十分に濡らし、又、窒化アルミニウム部材と金属部材の熱膨張の違いから残留応力による耐熱衝撃性の低下を防止するために、接合温度は800～950℃が好ましい。

【0031】又、雰囲気については真空中で処理を行うことが活性金属粉末及び銅粉末、金属部材が酸化されることが無く良好な接合状態を得ることができ、特に 10^{-4} Torr以下の真空度で接合することが望ましい。

【0032】さらに接合時に荷重をかけることで金属部材とろう材、および窒化アルミニウム部材とろう材がより確実に接触でき、良好な接合状態が得られる。重さとしては $1\sim50\text{ g/cm}^2$ の荷重を採用できる。

【0033】又、本発明のような活性金属粉末を用いることで、通常ではろう材が流れ出すような高荷重を加えた場合でも、活性金属がフィラーの役割を果たして、ろう材の流れ出しを防止することができる。

【0034】このようにして得られた接合体はペーストの塗布工程でパターンを塗布した形態と同様の接合パターンが形成され、その後のレジスト塗布、エッチング処理を行うことでろう材の流れ出しが無く、更に接合状態が良好な金属回路を有する窒化アルミニウム接合部材を得ることができる。又、金属回路が酸化されやすいような金属の場合は、該金属の酸化を防ぐために、エッチング処理後の金属回路表面に無電解ニッケル等のめっき皮膜を形成してもよい。

【0035】

【発明の効果】本発明によってろう材ペーストでパターンを形成した後、金属部材と窒化アルミニウム部材を接合すれば、接合時にろう材の流れ出しの発生が無く好適な金属-窒化アルミニウム接合部材を得ることができる。

【0036】本発明によってこのような効果が得られる理由は、未だ解明されてはいないが、本発明者らは次の

ように推定している。活性金属粉末中の微粒子は、金属部材と窒化アルミニウム部材の接合に悪影響を及ぼす。本発明においては、活性金属粉末中の微粒子の量が少ないことから、必要な接合強度にするための活性金属粉末の量を低減することができる。その結果、余剰の活性金属粉末による流れ出しを防止することができたと考えている。

【0037】

【実施例】以下、実施例と比較例を挙げて本発明を具体的に説明する。

【0038】実施例1

銀粉末72重量部、銅粉末28重量部、計100重量部に対してチタン粉末1.5重量部を加えた混合粉末に、全ペーストに占める割合でテレピネオール8重量%、アクリル樹脂3重量%、分散剤0.1重量%を配合したのちブラネタリーミキサーを用いて混合を行い、120 kcpsのペーストを作成した。使用した粉末の平均粒径は、銀が $1.8\mu\text{m}$ 、銅が $11.6\mu\text{m}$ 、チタンが $37\mu\text{m}$ で、チタンの全粉末中の $5\mu\text{m}$ 以下の粉末は0.01重量%であった。また、チタンの全粉末中の粒径 $20\sim60\mu\text{m}$ の粒子の割合は44重量%であった。

【0039】このペーストを $54\text{ mm}\times36\text{ mm}$ の窒化アルミニウム部材基板上にスクリーン印刷により図1（パターン面）、図2（ヒートシンク面）のようなパターンで表1に示した厚みで塗布した。

【0040】この後、乾燥し、 320°C の窒素雰囲気中で5分間脱脂を行った。さらに銅部材-窒化アルミニウム部材-銅部材を重ねた後、 10 g/cm^2 の荷重をかけながら真空中（ 10^{-4} Torr）、 850°C で15分保持の熱処理を施して銅部材と窒化アルミニウム部材の接合を行った。その後、図1のパターンと同様のレジストパターンの印刷、不要部分の銅部材の除去を行い、所望の銅-窒化アルミニウム接合部材を作製した。作製した接合部材の材料は図3のような断面形状を有する。

【0041】非印刷部へのろう材の流れ出しは40枚中0枚であった。また、超音波探傷機で接合状態を観察したところ良好な接合状態が観察された。

【0042】さらに、接合した銅板を窒化アルミニウム基板に対して 90° 方向に引っ張り、ピール強度を測定して接合強度とした。接合強度は 19 kgf/cm であった。

【0043】実施例2～10

表1に示す材料を用いてろう材ペーストを作製し、実施例1と同様に銅-窒化アルミニウム接合部材を作製した。なお、接合時の荷重はそれぞれ表1に示した通りである。このようにして得られた接合部材は非印刷部へのろう材の流れ出しが無く、超音波探傷機による観察でも接合状態は良好であった。

【0044】比較例1～4

表1に示した、 $5\mu\text{m}$ 以下の割合が8.0重量%のチタ

ンを含む材料を用いてろう材ペーストを作製し、実施例 * 出しが見つかった。

1と同様に銅-窒化アルミニウム接合部材を作製した。 【0045】

なお、接合時の荷重は表1に示した通りである。このよ 【表1】

うにして得られた接合部材は非印刷部へのろう材の流れ*

No.	活性金属の種類	金属粉末の割合 (重量部)*			活性金属中の 粒径5 μ m以下の 粒子の割合 (重量%)	活性金属中の 粒径20~60 μ mの 粒子の割合 (重量%)	活性金属 の平均粒 径 (μ m)	ろう材層 の印刷 厚み (μ m)	接合時 の荷重 (g/cm ²)	ろう材流 れ出しの 頻度** (枚数)	接合 強度 (kgf/cm)
		銀	銅	活性 金属							
実施例1	珪素	72	28	1.5	0.01	44	37	38	10	0	19
2	"	80	40	1.5	0.01	44	37	37	25	0	19
3	"	60	40	2.0	0.01	44	37	42	25	0	20
4	水素化珪素	72	28	1.5	0.50	66	11	29	10	0	21
5	"	80	40	1.5	0.50	66	11	31	10	0	19
6	"	72	28	2.0	0.50	66	11	30	10	0	23
7	珪素	72	28	1.5	0.80	59	12	32	10	0	23
8	"	60	40	1.5	0.80	59	12	31	10	0	18
9	"	60	40	2.0	0.80	59	12	32	25	0	19
10	"	60	40	0.5	0.01	44	37	33	25	0	17
比較例1	"	60	40	2.0	8.00	0	5	34	10	8	12
2	"	60	40	4.0	8.00	0	5	36	10	12	14
3	"	72	28	4.0	8.00	0	5	28	10	26	11
4	"	72	28	3.0	8.00	0	5	32	25	40	7

* 銀と銅の合計量100重量部に対する重量部

** 評価基板40枚中、流れ出しが発生した枚数

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、実施例1で製造したろう材を塗布した窒化アルミニウム基板の平面図（パターン面）である。

【図2】図2は、実施例1で製造したろう材を塗布した窒化アルミニウム基板の底面図（ヒートシンク面）である。

※【図3】図3は、実施例1で製造したろう材を塗布した窒化アルミニウム基板の断面図である。

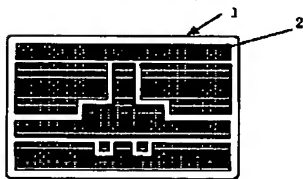
【符号の説明】

1・・・窒化アルミニウム部材

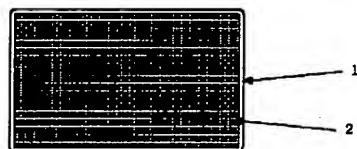
2、2'・・・金属部材

※30 3・・・ろう材

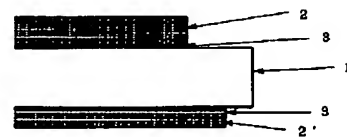
【図1】



【図2】



【図3】



THIS PAGE BLANK (USPTO)